

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-048589

(43)Date of publication of application : 21.02.1995

(51)Int.Cl.

C10M173/02
// (C10M173/02
C10M125:10
C10M125:24
C10M125:26
C10M129:56)
C10N 10:02
C10N 10:06
C10N 30:06
C10N 40:24
C10N 70:00

(21)Application number : 05-196308

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD
NIPPON KOUSAKUYU KK

(22)Date of filing : 06.08.1993

(72)Inventor : WADA KEIICHI
MIYAZAKI SHOJI
MATSUSHIRO KOZO
TEJIMA OSAMU
TANAKA TORU
KIMURA SHIGEKI

(54) LUBRICANT FOR PLASTIC WORKING OF METALLIC MATERIAL DIFFICULT TO PROCESS

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the lubricant which exhibits a high lubricity even in processing a metallic material difficult to process, is a stable liq. has no danger of fire, and can be easily removed from a work after processing by dissolving a specific inorg. salt and a specific alkali metal salt in water to provide an aq. soln. or by dispersing, in the aq. soln., a solid lubricant powder.

CONSTITUTION: The lubricant is provided which is an aq. soln. contg. 5-20wt.% alkali metal salt of an inorg. acid selected from the group consisting of carbonic, secondary phosphoric, tertiary phosphoric, metaboric, and tetraboric acids and an alkali metal salt of a 12-14C fatty acid in a wt. ratio of the latter salt to the former of 3/10-5/10 or which is obtd. by compounding 100 pts.wt. aq. soln. above-described with 1-5 pts.wt. solid lubricant powder.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

13.07.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3294679

[Date of registration]

05.04.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-48589

(43) 公開日 平成7年(1995)2月21日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 173/02		9159-4H		
// (C 1 0 M 173/02				
125:10				
125:24				
125:26				

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平5-196308	(71) 出願人	000001199 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号
(22) 出願日	平成5年(1993)8月6日	(71) 出願人	592183558 日本工作油株式会社 東京都港区芝5丁目29番14号
		(72) 発明者	和田 啓一 山口県下関市長府港町13番1号 株式会社 神戸製鋼所長府北工場内
		(72) 発明者	宮崎 庄司 東京都千代田区丸の内1丁目8番2号 株 式会社神戸製鋼所東京本社内
		(74) 代理人	弁理士 植木 久一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 難加工性金属材料の塑性加工用潤滑剤

(57) 【要約】

【構成】 炭酸、第2りん酸、第3りん酸、メタ硼酸、四硼酸よりなる群から選択される無機酸のアルカリ金属塩5~20重量%を含有すると共に、炭素数12~14の脂肪酸のアルカリ金属塩を、上記無機酸のアルカリ金属塩の3/10~5/10の量含有する水溶液からなり、若しくは該水溶液100重量部に対して、更に他の成分として1~5重量%の固体潤滑剤を配合した難加工性金属材料の塑性加工用潤滑剤を開示する。

【効果】 組成加工用潤滑剤の構成を、特定の無機塩と脂肪酸アルカリ金属塩を含む水溶液、若しくはこれらに固体潤滑剤粉末を分散させたものとする事により、難加工性金属材料に対して高い潤滑性を示し、液の安定性が良好で且つ火災の危険がなく、しかも加工後ワークからの除去が極めて容易な潤滑剤を提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭酸、第2りん酸、第3りん酸、メタ硼酸、四硼酸よりなる群から選択される無機酸のアルカリ金属塩5～20重量%を含有すると共に、炭素数12～14の脂肪酸のアルカリ金属塩を、上記無機酸のアルカリ金属塩の3/10～5/10の量含有する水溶液からなることを特徴とする難加工性金属材料の塑性加工用潤滑剤。

【請求項2】 請求項1記載の水溶液100重量部に対して、1～5重量%の固体潤滑剤を配合したものであることを特徴とする難加工性金属材料の塑性加工用潤滑剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ステンレス鋼、チタン、チタン合金、高耐食性合金などの炭素鋼を除く難加工金属材料に優れた潤滑性を与えて塑性加工性を高めると共に、加工後は、ハロゲン系有機溶剤等を使用せずとも水で簡単に除去することのできる塑性加工用潤滑剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】上記の様な難加工性金属材料を塑性加工（深絞り加工、伸線加工、抽伸加工等）するに当っては、加工製品の品質や歩留の向上、工具磨耗や焼付の防止等を目的として種々の潤滑剤が用いられる。しかしながら公知の潤滑剤は、潤滑性能、取扱い性、加工後の除去容易性、廃液の低公害性等の全てにおいて要求を満足しているとは言えない。

【0003】例えば、鋼板をプレスにより深絞り加工する際には、鉱物油を基油としこれに油性剤や塩素、硫黄、リンなど含む化合物を主体とする極圧添加剤を配合した潤滑油（以下、プレス油と呼ぶ）が用いられている。またステンレス鋼板を深絞り加工する場合は、通常の鋼板用潤滑剤よりも多量の油性剤や極圧添加剤を配合したプレス油が用いられており、一般的には加工がより苛酷になる程、高粘度のものが使われる傾向が見られる。これら潤滑剤に含まれる油性剤や極圧添加剤はそれぞれすべり性の改善や焼付防止等を目的として配合されるものであり、高粘度化する理由は、油膜切れを防止しつつかみ込み量を増大させるためである。

【0004】ところが極圧添加剤は加工時の発熱によって熱分解を起こし、該化合物中に含まれる塩素や硫黄が遊離して工具や材料を腐食させるという欠点に加えて、高粘度であること及び加工中の発熱によりプレス油そのものが熱変質を起こすことが原因して加工後の脱脂が困難であり、脱脂溶剤としてオゾン層破壊物質であるハロゲン系溶剤を使用しなければ容易に除去できないという欠点がある。即ち、極圧添加剤の配合量を増やして高粘度化することにより潤滑性は向上するが、それに伴う腐食や脱脂性の悪化が大きな問題として顕出してくるた

め、実用にそぐわない。

【0005】一方、プレスによる比較的新しい深絞り加工技術として、100～200℃程度の低温域で温間深絞り加工する方法が提案されている。この方法によれば、限界絞り比が常温域の絞り比に比べて数段向上することが実証され、ステンレス製器物の成形に活用し得ることが確認されている。しかしながらこの様な方法に前述の様なプレス油を使用すると、加工時の熱が更に高くなるためプレス油の熱劣化が加速され、素材の腐食や脱脂性の劣化は一層顕著になってくる。

【0006】この他、被加工材の表面に樹脂を主成分とする潤滑剤を予めコートしておいたり、あるいはビニールやテフロンなどの合成樹脂フィルムを貼り付けておく方法も提案されているが、取扱いやコート処理性、加工後の除去性において満足し得るものとは言えない。

【0007】ところで伸線加工の場合は、焼鈍後の線材を脱スケールした後、前処理および潤滑剤付与の後伸線加工するのが一般的であり、鋼線の場合は脱スケール後の前処理として石灰石酸皮膜、リン酸塩皮膜、硼砂皮膜のいずれかが採用されている。一方、ステンレス鋼の場合は、樹脂皮膜あるいは磷酸塩皮膜形成処理が前処理法として採用される。いずれの場合も前処理の後、二次的潤滑剤として金属石鹸と無機物を主体とする粉末状の乾式伸線用潤滑剤、前記のプレス油に類似した組成の油性伸線用潤滑剤、あるいは主として表面粗度の改善を目的とする仕上げ用の水溶性湿式伸線用潤滑剤、のいずれかを前記前処理皮膜の上へ付与して伸線加工が行われる。これら二次的潤滑剤は伸線加工時の潤滑の主力となるものである。

【0008】これら伸線用潤滑剤の選択に当たっては、伸線の方法、材質、脱スケール法、前処理の種類、伸線後の要求特性等を十分に考慮して適宜選定すべきであるが、それらは相互且つ複雑に関連し合っているためその選択は意外に難しい。現にステンレス鋼管の様な難加工材料の伸管（抽伸）加工に用いられている潤滑剤や潤滑方法（処理工程）でも、潤滑性能、取扱い性、除去性、廃液の公害性などの全ての要求を満足しているとは言えない。

【0009】例えば、比較的軽度の加工には前述のプレス油に類似した組成の潤滑油（以下引抜き油）が使われるが、加工度が高くなる（苛酷な加工になる）につれ焼付が発生しやすくなる。そこでこの様な場合は、予め素管に下地処理を施して磷酸塩皮膜を形成した後、化成金属石鹸皮膜剤等を付与して潤滑性能を高める方法が知られている。しかしこの磷酸塩皮膜潤滑法では、化学反応によって被加工材の表面に磷酸第一鉄が形成されるため、これを除去するには脱脂だけでなく酸洗も必須となること、潤滑処理工程が前記伸線加工の潤滑処理と同様に複雑であること、化成処理や脱脂・酸洗処理で廃液が出るためその処理には多大の設備と労力が必要になるこ

と、高耐食性の材料では化成処理自体が困難で均一な化成皮膜が形成され難いため高精度の加工が難しい、といった様々の問題が指摘される。

【0010】こうした問題の改善策として、超高粘度の樹脂を低沸点溶剤に溶解させた潤滑剤が提案されているが、使用時に溶剤が徐々に発揮するため濃度管理が煩雑であり、しかも溶剤の揮発が早いと液切りの過程で乾燥が進行しすぎて膜厚が不均一になり、表面粗度に悪影響を及ぼすという重大な欠点がある。それに加えて、殆ど10の有機溶剤は毒性や火災の危険性から法的な使用規制がなされているし、健康状の問題もある。

【0011】チタンの伸管（抽伸）加工においては、前述の蔞酸塩皮膜潤滑法と同様のリン酸塩皮膜潤滑法の他に、前処理として素管に熱処理や陽極酸化を施し、表面にチタン酸化物を形成した後、金属石鹸と樹脂を主成分とする潤滑剤を付与して伸管（抽伸）加工する方法が知られているが、前述の蔞酸塩皮膜潤滑法と同様、素管表面のチタン酸化物を除去するのに酸洗工程が必須であり、且つ複雑な潤滑処理工程を必要とするといった問題がある。特に、高温熱処理により形成したチタン酸化物皮膜は、酸洗工程でも容易に除去することができないので、苛性ソーダ浴への浸漬後、硝酸溶液で洗浄するといった複雑な工程が必要となる。

【0012】こうした状況の下で本出願人は、優れた潤滑性を有すると共に、加工後は容易に除去し得る様な潤滑剤の開発を期して研究を進めており、先に特開昭61-87795号や同62-84193号に開示した様な水系潤滑剤を開発した。そしてこれらの潤滑剤を使用することにより、潤滑処理工程が簡略化されると共に廃液に係わる問題が解消され、また膜厚の不均一さによる問題もある程度改善することができた。

【0013】しかしながら、これらの潤滑剤は基本的に水系樹脂乳化液を必須とするものであるから、使用中の安定性に若干の問題があり、たとえば酸成分の混入や夏の温度差による影響もあって長期の使用に対し、安定性の問題や加工中に潤滑カスが堆積して作業性を悪くしたり、プレスによる板成形においてはプリントマーク（星目）の発生や機械メンテナンスの悪化などの未解決の問題を残している。

【0014】以上の様に、ステンレス鋼の如き難加工材料の塑性加工に適用されている現状の潤滑剤や潤滑法には種々の問題があり、殊に深絞り加工においては効果的な潤滑性の確保、腐食性および脱脂性；伸線加工においては潤滑付与工程の複雑さと廃液処理の問題；伸管加工においては潤滑付与工程の複雑さと取扱い性、公害、安定性（潤滑剤の寿命）が、夫々未解決の問題としてその改善が求められている。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の様な問題点に着目してなされたものであって、その目的は、た

例えば特開昭62-84193号に開示した様な潤滑剤に残された未解決の問題点を克服すると共に、伸管のみならず他の形態の塑性加工においてもそれ以上の潤滑性能を発揮し、更には昨今の地球環境問題に鑑みて、より簡単な方法で加工後のワークから該潤滑剤を容易に除去できる様な水系潤滑剤を提供しようとするものである。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決することのできた本発明に係る塑性加工用潤滑剤の構成は、炭酸、第2りん酸、第3りん酸、メタ硼酸、四硼酸よりなる群から選択される無機酸のアルカリ金属塩5~20重量%を含有すると共に、炭素数12~14の脂肪酸のアルカリ金属塩を、上記無機酸のアルカリ金属塩の3/10~5/10の量含有する水溶液からなり、若しくは該水溶液100重量部に対して、更に他の成分として1~5重量%の固体潤滑剤を配合したものであるところによ旨を有するものである。

【0017】

【作用および実施例】以下、本発明に係る潤滑剤の構成成分及び含有率を定めた理由を実験の経緯を追って詳述する。まず本発明者らは、前記特開昭62-84193号公報に開示した水系潤滑剤に残された問題点として、①潤滑成分の主剤が乳化状態（エマルジョン）であり、工程中混入する酸や水、スラッジの影響により劣化し易いこと、②ステアリン酸カルシウムの如き分散質となる成分の配合量が、分散媒である樹脂乳化物に対して多いため付着膜厚さが厚くなること、に着目し、乳化状態をとらず水に対して均一に溶解し、且つ上記公開発明と同等もしくはそれ以上の潤滑性を発揮し得る様な物質を探索した。

【0018】探索の第一として、安定性を確保するには水に易溶性の無機物が好ましいと考え、様々の無機物について潤滑特性を調べることとした。水に易溶性の無機物は無数に存在するが、前述の要件に加えて、人体及び地球環境に対して有毒・有害なものは除外した。ちなみに、塩酸塩は金属を腐食させる性質が強く、クロム塩酸は重金属で毒性が強く、マンガン酸塩は重金属で毒性が強く、硝酸塩は酸化作用が強く、且つ硝酸塩の一つであるNaNO₂はニトロソアミン（発癌性物質）生成の恐れがあり、水酸化物のうち水に溶性の化合物はpHが高く人体（肌）への影響が強いので、いずれも除外した。

【0019】その結果、表1に示す如くアルカリ金属の炭酸塩、重炭酸塩、硫酸塩、りん酸塩、珪酸塩、硼酸塩は要件に叶うものと認識し、夫々の無機塩の5%水溶液を調製して該溶液の安定性と潤滑性を調べた。

【0020】尚、潤滑性の評価方法としては、本出願人が先に開発した潤滑性能試験法を採用した。即ち、図1（A）~（C）に示す如く、内面に供試潤滑剤を塗布したステンレス鋼製短管1をダイス2に隙間において挿入配置し、上方に載せた鋼球3をラム4によって強引に押

込んで短管1を圧延し、圧延された短管1の内面の状態や鋼球3の表面状態と荷重から潤滑剤の性能を評価するもので、実際の条件よりも過酷な条件で潤滑剤の性能を厳格に判定することができる。以下、この試験法を鋼球通し試験法と呼ぶ。

【0021】表1には、各無機塩の5%水溶液の安定性と上記鋼球通し試験の結果を示す。潤滑性の評価は、圧*

* 延後のステンレス短管の内面傷の状態、鋼球の表面キズの状態、荷重から総合的に判断した。この結果より、△以上の評価が得られた無機塩を、潤滑剤として使用できる可能性が高いものと位置づけた。

【0022】

【表1】

各塩類5重量%水溶液(40℃)の状態と鋼球通し試験結果

No.	物質名	分類	40℃溶液の状態	鋼球通し試験結果 *
A	炭酸ナトリウム	炭酸塩	透明液体	△
B	炭酸カリウム	〃	〃	△
C	炭酸水素ナトリウム	〃	〃	△
D	炭酸水素カリウム	〃	〃	○
E	硫酸ナトリウム	硫酸塩	〃	△
F	硫酸カリウム	〃	〃	△
G	硫酸水素ナトリウム	〃	〃	△
H	硫酸水素カリウム	〃	〃	△
I	第1リン酸ナトリウム	リン酸塩	〃	△
J	第1リン酸カリウム	〃	〃	○
K	第2リン酸ナトリウム	〃	〃	△
L	第2リン酸カリウム	〃	〃	○
M	第3リン酸ナトリウム	〃	〃	△
N	第3リン酸カリウム	〃	〃	△
O	オルト珪酸ナトリウム	珪酸塩	沈殿物あり	×
P	オルト珪酸カリウム	〃	透明液体	×
Q	メタ珪酸ナトリウム	〃	〃	×
R	メタ珪酸カリウム	〃	〃	×
S	メタ硼酸ナトリウム	硼酸塩	〃	△
T	メタ硼酸カリウム	〃	〃	△
U	四硼酸ナトリウム	〃	〃	△
V	四硼酸カリウム	〃	〃	△
比較	アクリル系樹脂乳化物	—	乳白色エマルジョン	○

* 鋼球通し試験の評価は、荷重、管内面キズ、鋼球のキズを総合的に判断した。
 評価：○ 良好、荷重が低くキズが無い。
 △ 準良好、若干のキズがある。
 × 悪い、キズ多い。

【0023】しかしながらこれら無機塩の水溶液は表面張力が高く、金属に対する濡れ性が悪い。このことは、これら無機塩を潤滑剤として利用する上で大きな障害になることが予想された。この問題を解決する方法として

は、界面活性剤による表面張力の低減が有効と考えられるが、非イオン系や陽イオン系の界面活性剤は無機塩水溶液と相溶しないため、発明者らは界面活性剤の枠を拡大し、無機塩に対し相溶性と表面張力低減効果を有し、

且つ無害なものを探索した。

【0024】その結果、脂肪酸アルカリ金属塩がこの目的に叶うことを見い出した。尚、脂肪酸アルカリ金属塩の一般的性質としてはR（アルキル基）のC（炭素数）が小さい程水への溶解性が良く、また水溶液の凝固点は濃度が高い程低くなり、Cが大きくなるにつれて同様の傾向が見られる。また、C₁₂以下のものは入手しづらいばかりでなく潤滑を補助する力が弱い。一方、C₁₈以上のものも高価で入手しづらく且つ溶解性が極端に悪くなる。この様なところから、脂肪酸アルカリ金属塩としてはC₁₂～C₁₈の飽和もしくは不飽和の脂肪酸のアルカリ金属塩が好ましく、中でも経済性を加味するとカリウム塩とナトリウム塩が好ましい。

【0025】上記の様な予備試験結果を元に、上記無機塩と脂肪酸アルカリ金属塩を適当な比率で混合してやれば、目的にかなう水性潤滑剤が得られるのではないかと考え、これら両者の様々の混合物について、酸洗したステンレス鋼材に対する濡れ性を調べた結果、各無機塩に

対し大体20重量%以上の脂肪酸アルカリ金属塩を配合すれば100%の濡れ率が得られることを確認した。

尚、脂肪酸アルカリ金属塩の配合量が多くなるほどよくなるという訳ではなく、配合量が多すぎると泡立ちの増加や溶液の安定性が低下する傾向が生じてくるので、60重量%位がその限界と判断した。

【0026】このことを確認するため、表1の評価が△以上であった無機塩（珪酸塩を除く）を夫々5重量%と脂肪酸アルカリ金属塩3重量%（無機塩に対し60%の脂肪酸アルカリ金属塩）との混合物を水溶液とし、60℃に保って溶解状態を調べた。尚脂肪酸アルカリ金属塩としては、C₁₂～C₁₈の脂肪酸（ラウリン酸：C₁₂、ミリスチン酸：C₁₄、パルミチン酸：C₁₆、オレイン酸：C₁₈、ステアリン酸：C₁₈）ナトリウム及びカリウム塩を用いた。結果を表2に示す。

【0027】

【表2】

無機塩 (5重量%) - 脂肪酸アルカリ塩 (3重量%) 相溶安定性 (60°C)

脂肪酸アルカリ塩	
ステアリン酸 カリウム (C ₁₈)	△△△△△△△△××××△△△△△△△△
ステアリン酸 ナトリウム (C ₁₈)	△△△△△△△△××××△△△△△△△△
オレイン酸 カリウム (C ₁₈)	△△△△△△△△××××△△△△△△△△
オレイン酸 ナトリウム (C ₁₈)	△△△△△△△△××××△△△△△△△△
パルミチン酸 カリウム (C ₁₆)	△△△△△△△△××××○○○○△△△△
パルミチン酸 ナトリウム (C ₁₆)	△△△△△△△△××××○○○○△△△△
ミリスチン酸 カリウム (C ₁₄)	○○○△△△△△××××○○○○○○○○
ミリスチン酸 ナトリウム (C ₁₄)	○○○△△△△△××××○○○○○○○○
ラウリン酸 カリウム (C ₁₂)	○○○△△△△△××××○○○○○○○○
ラウリン酸 ナトリウム (C ₁₂)	○○○△△△△△××××○○○○○○○○
無機塩	A B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V

* : 激しい発泡がある。

 評価 : ○ : 安定に相溶。
 △ : 相溶するが増粘する。
 × : 相溶しない。

【0028】表2からも明らかである様に、無機塩G、H、I、Jは脂肪酸アルカリ金属塩と相溶しない。これは、無機塩が解離したときの水素イオン濃度が高いため、脂肪酸アルカリ金属塩が中和されて脂肪酸に分解するためと思われる。また無機塩C、Dを併用すると激しい発泡が見られ、安定な溶液とは言えない。また、金属塩の種類にもよるが、脂肪酸のアルキル基が大きくなるにつれて溶液粘度が高くなる傾向があり、この傾向はC₁以上で明確に表われてくる。プリントマーク（星目）や潤滑カスの発生抑制の為に、潤滑膜ができるだけ薄

40

いことも条件の一つであり、粘度が高くなることは好ましいことではない。従って本発明においては、C₁未満の脂肪酸アルカリ金属塩の方が好ましい。また無機塩に対する脂肪酸アルカリ金属塩の配合比率を60重量%から20重量%へ減らして同様に安定性等を調べたところ、下記表3からも明らかである様に表2とほぼ同様の結果を得た。

【0029】

【表3】

無機塩 (5重量%) - 脂肪酸アルカリ塩 (1重量%) 相溶安定性 (60℃)

無機塩	脂肪酸アルカリ塩								
	ラウリン酸 ナトリウム (C ₁₂)	ラウリン酸 カリウム (C ₁₂)	ミリスチン酸 ナトリウム (C ₁₄)	ミリスチン酸 カリウム (C ₁₄)	パルミチン酸 ナトリウム (C ₁₆)	パルミチン酸 カリウム (C ₁₆)	オレイン酸 ナトリウム (C ₁₈)	オレイン酸 カリウム (C ₁₈)	ステアリン酸 ナトリウム (C ₁₈)
A	○	○	○	○	○	○	△	△	△
B	○	○	○	○	○	○	△	△	△
C	○	○	○	○	○	○	△	△	△
D	○	○	○	○	○	○	△	△	△
E	○	○	○	○	○	○	△	△	△
F	○	○	○	○	○	○	△	△	△
G	○	○	○	○	○	○	△	△	△
H	○	○	○	○	○	○	△	△	△
I	○	○	○	○	○	○	△	△	△
J	○	○	○	○	○	○	△	△	△
K	○	○	○	○	○	○	△	△	△
L	○	○	○	○	○	○	△	△	△
M	○	○	○	○	○	○	△	△	△
N	○	○	○	○	○	○	△	△	△
S	○	○	○	○	○	○	△	△	△
T	○	○	○	○	○	○	△	△	△
U	○	○	○	○	○	○	△	△	△
V	○	○	○	○	○	○	△	△	△
X	○	○	○	○	○	○	△	△	△
Y	○	○	○	○	○	○	△	△	△

* : 激しい発泡がある。

評価 : ○ : 安定に相溶。
△ : 相溶するが増粘する。
× : 相溶しない。

【0030】以上の結果より、無機塩A、B、E、F、K、L、M、S、T、U、VとC₁₂～C₁₄の脂肪酸ナトリウム又はカリウム塩を併用すると、60℃という温度条件の下でも増粘することなく安定な溶液が得られる。

【0031】次に上記で得た安定溶解の結果を踏まえ、無機塩5重量%-脂肪酸アルカリ金属塩1及び3重量%の混合溶液を用いて前述の鋼球通し試験を行ったところ、無機塩5重量%単独で“△”の評価であったものが全て“○”に向上し、濡れ性改善の効果と脂肪酸アルカリ金属塩による補助潤滑効果が相乗的に発揮され、この混合物は、アクリル樹脂乳化物に匹敵する潤滑性を発揮*

*し得るものと思われた。

40 【0032】そこで、脂肪酸アルカリ金属塩の添加量と潤滑性の関係を詳しく調べるため、安定に相溶する無機塩5重量%液に対し、脂肪酸アルカリ金属塩のうちC₁₂ラウリン酸カリウムを夫々0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0重量%を混合した溶液を調製し、各溶液を素管へ塗布した後、100℃の温風で30分間乾燥させてからプラグ抽伸を行なったときの潤滑性を評価した。尚、比較潤滑剤としては、下記成分組成のものを用いた。

【0033】

アクリル酸ブチル・メタクリル酸メチル共重合物 (Tg 13℃) 15重量%
マレイン酸ブチル 5重量%

ステアリン酸カルシウム40重量%水分散液

【0034】結果は表4（素管としてチタン合金：H4630TTP35Dを用いた場合）及び表5（素管としてステンレス鋼：SUS304を用いた場合）に示す通りであり、ラウリン酸カリウム1.5重量%から準良好あるいは良好に転じ、2.0～2.5重量%ではば良好となるが、3重量%では逆に準良好に低下する傾向がみられる。また、いずれの無機塩についても、2.0～2.5重量%のラウリン酸アルカリ金属塩の併用により、比較潤滑剤に比べてほぼ同等の潤滑性が得られる。

【0035】

【表4】

脂肪酸アルカリ塩量と引抜潤滑性能

無機塩	ラウリン酸アルカリ塩 (%)						
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
A	×	△	△	○	○	○	○
B	×	△	△	○	○	○	○
E	×	△	△	○	○	○	○
F	×	×	△	○	○	○	○
K	×	△	△	○	○	○	○
L	×	△	△	○	○	○	○
M	×	△	△	○	○	○	○
N	×	△	△	○	○	○	○
S	×	×	△	○	○	○	○
T	×	×	△	○	○	○	○
U	×	△	△	○	○	○	○
V	×	△	△	○	○	○	○
比較潤滑	○	-	-	-	-	-	-

評価：○良好（プラグ、管内外とも損傷なし）
 ○準良好（管内外ともキズはないが、軽微なプラグマークがある）
 △やや悪い（プラグ、管内外とも微キズがある）
 ×悪い（著しいキズがある）
 プラグ抽伸条件：
 素管（H4630TTP35D）
 25.4φ×厚さ2.5mm×長さ1000mm
 引上がりサイズ→19.1φ×2.15t
 加工量（R・a=36.3%, Δt=0.35）
 引き抜き速度 10m/分

【0036】

【表5】

80重量%

脂肪酸アルカリ塩量と引抜潤滑性能

無機塩	ラウリン酸アルカリ塩 (%)						
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
A	×	△	△	○	○	○	○
B	×	△	△	○	○	○	○
E	×	△	△	○	○	○	○
F	×	×	△	○	○	○	○
K	×	△	△	○	○	○	○
L	×	△	△	○	○	○	○
M	×	△	△	○	○	○	○
N	×	△	△	○	○	○	○
S	×	×	△	○	○	○	○
T	×	×	△	○	○	○	○
U	×	△	△	○	○	○	○
V	×	△	△	○	○	○	○
比較潤滑	○	-	-	-	-	-	-

評価：○良好（プラグ、管内外とも損傷なし）
 ○準良好（管内外ともキズはないが、軽微なプラグマークがある）
 △やや悪い（プラグ、管内外とも微キズがある）
 ×悪い（著しいキズがある）

プラグ抽伸条件：

素管（SUS 304）

25.4φ×厚さ2.5mm×長さ1000mm

引上がりサイズ→19.1φ×2.15t

加工量（R・a=36.3%, Δt=0.35）

引き抜き速度 10m/分

30 【0037】ところで、この評価試験の途中で、比較潤滑剤の乾燥後の膜厚が供試潤滑剤のそれに比べて異常に厚くなることに気付いたので、膜厚を平均付着量として調べたところ、比較潤滑は13g/m²であるのに対し、供試潤滑剤は0.3～0.7gであった。このことから乾燥後の膜厚が潤滑性に影響を及ぼしているのではないかと考え、供試潤滑剤の膜厚をより厚くして（但し、前述のプリントマークや潤滑カスの発生に影響しない程度）比較するため、無機塩とラウリン酸カリウムの溶液濃度を高めて同様の評価試験を行なった。即ち、無機塩の濃度を10、15、20重量%に夫々高めると共に、ラウリン酸カリウムを無機塩の20～60重量%の範囲で配合して各々の付着量を調べた。その結果、無機塩10重量%では0.6～1.2g/m²、15重量%では1.1～2.2g/m²、20重量%では1.6～2.8g/m²であった。これら濃度を高めた試料を、再び表5と同じ条件でプラグ抽伸して潤滑性を評価した結果を表6、7、8に示す。

40 【0038】表6～8からも明らかである様に、無機塩の濃度を上げることにより、脂肪酸アルカリ金属塩であるラウリン酸カリウムの配合比率が低い領域（無機塩量

に対し20%の領域)で潤滑性の良化が認められるが、それ以外は殆んど変わらないし、表5の結果と同様に無機塩量に対して40重量%のラウリン酸カリウムを配合したものが最良の結果を得た。尚無機塩の配合量については、20重量%を超える高濃度にしても、潤滑性はそれ程向上せず、多すぎるとかえって付着量の増加や溶解性の低下が生じるので好ましくないと判断した。

【0039】

【表6】

無機塩10% 引抜き潤滑性能

無機塩	ラウリン酸アルカリ塩 (%)				
	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0
A	△	○	●	●	○
B	△	○	○	●	○
E	○	●	●	●	○
F	△	○	●	●	○
K	△	○	●	●	●
L	△	○	●	○	○
M	△	○	●	●	○
N	△	○	●	○	○
S	△	○	●	●	○
T	△	○	●	●	○
U	○	○	●	●	●
V	○	○	●	●	○

【0040】

【表7】

無機塩15% 引抜き潤滑性能

無機塩	ラウリン酸アルカリ塩 (%)				
	3.0	4.5	6.0	7.5	9.0
A	○	○	●	●	○
B	○	○	●	●	○
E	×	●	●	●	○
F	○	○	○	○	○
K	○	○	●	●	●
L	○	○	●	○	○
M	○	○	●	○	○
N	○	○	●	○	○
S	○	○	●	●	○
T	○	○	●	●	○
U	○	○	●	●	○
V	○	○	●	○	○

【0041】

【表8】

(9)

特開平7-48589

無機塩20% 引抜き潤滑性能

無機塩	ラウリン酸アルカリ塩 (%)				
	4.0	6.0	8.0	10.0	12.0
A	○	○	●	●	○
B	○	○	●	●	○
E	○	●	●	○	○
F	○	●	●	○	○
K	○	●	●	●	●
L	○	○	●	○	○
M	○	○	●	○	○
N	○	○	●	○	○
S	○	○	●	○	○
T	○	○	●	○	○
U	○	●	●	●	●
V	○	○	●	●	○

10

20

【0042】従来技術である比較潤滑剤と前記濃度別供試潤滑剤の潤滑性能の違いをより詳しく調べる為、プラグ抽伸の条件をより苛酷にして評価した。尚供試潤滑剤としては、無機塩を5、10、15、20重量%含み該無機塩に対して40重量%のラウリン酸カリウムを配合したものをを用いた。プラグ抽伸条件を表9、10に、プラグ抽伸の結果を表11～13に示す。

【0043】

【表9】

プラグ抽伸条件

30

材 質: SUS 304 索管寸法: 外径25.4mm×肉厚2.5mm t 潤滑処理: 塗布後100℃×30分乾燥 工具形状: フローティングダイス 及びフローティングプラグ 引抜き速度: 10m/分			
条件	引抜き後寸法 (外径×肉厚)	断面減少率 (%)	減肉量 (mm)
I	19.10 mm φ×1.95mm t	41.5	0.55
II	19.10 mm φ×1.85mm t	44.3	0.65
III	19.10 mm φ×1.75mm t	47.0	0.75
IV	19.10 mm φ×1.65mm t	49.7	0.85
V	19.10 mm φ×1.55mm t	52.5	0.95

40

【0044】

【表10】

プラグ抽伸条件

材質: H4630TTP35D (JIS) 素管寸法: 外径25.4mm×肉厚2.5mm t. 潤滑処理: 塗布後100℃×30分乾燥 工具形状: フローティングダイス 及びフローティングプラグ 引抜き速度: 10m/分			
条件	引抜き後寸法 (外径×肉厚)	断面減少率 (%)	減肉量 (mm)
I	19.10 mmφ×1.95mm t	41.5	0.55
II	19.10 mmφ×1.85mm t	44.3	0.65
III	19.10 mmφ×1.75mm t	47.0	0.75
IV	19.10 mmφ×1.65mm t	49.7	0.85
V	19.10 mmφ×1.55mm t	52.5	0.95

10

*【0045】
【表11】

*

無機塩添加量 (%)		A				B				E				F				K			
		5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20
ラウリン酸K (%)		2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
条件	I	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	II	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	III	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	○	○	○	○
	IV	×	△	○	△	×	△	△	△	-	-	-	-	-	-	-	-	○	○	○	○

【0046】

※ ※【表12】

無機塩添加量 (%)		L				M				N				S				T			
		5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20	5	10	15	20
ラウリン酸K (%)		2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
条件	I	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	II	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	III	○	○	○	○	△	○	○	○	△	○	○	○	△	○	○	○	△	○	○	○
	IV	○	○	○	○	×	△	△	△	×	△	△	△	×	△	△	△	×	△	△	△

【0047】

【表13】

無機塩添加量 (%)		U				V				比較潤滑剤
		5	10	15	20	5	10	15	20	
ラウリン酸K (%)		2	4	6	8	2	4	6	8	-
条件	I	○	○	○	○	○	○	○	○	-
	II	○	○	○	○	○	○	○	○	-
	III	○	○	○	○	△	○	○	○	△
	IV	△	△	△	△	×	△	△	△	△

【0048】表11～13からも明らかである様に、E、F（硫酸塩）を除く無機塩を用いたものは、良好な結果が得られている。また溶液濃度別にみると、最も低濃度の無機塩（5重量%）にラウリン酸カリウム（2重量%）を含有させたものの潤滑性能は比較潤滑とほぼ同等であるが、それ以外はいずれも優れた潤滑性を示しており、特にK、Lは良好な結果を示している。

【0049】以上の結果から、無機塩のうち炭酸、第2リン酸、第3リン酸、メタ硼酸、四硼酸のアルカリ金属塩、殊にナトリウム又はカリウム塩5～20重量%を含み、且つC₁₁～C₁₄の脂肪酸のアルカリ金属塩、殊にナトリウムまたはカリウム塩を上記無機塩に対し重量換算で30～50重量%（無機塩に対して3/10～5/10）混合した水溶液は、比較潤滑剤に比べ優れた潤滑性を示すことを確認した。

【0050】次に、前述の無機塩同士を混合しても差し支えないかどうかを確認するため、無機塩の総含有が15重量%となる様に任意の比率で混合、夫々ラウリン酸アルカリ塩を2～8%配合してなる潤滑剤を用いて、前記条件IVで引抜き実験を行ったところ、単一無機塩と脂肪酸アルカリ塩の組み合わせと同様に良好な結果を得た。これより、無機塩同士の混合も可能と判断される。また、2種以上の脂肪酸アルカリ塩を併用した場合も同*

*様の結果が得られた。

【0051】更に発明者らは、前述の選ばれた無機塩と脂肪酸アルカリ金属塩の混合水溶液に固体潤滑剤を配合すれば、潤滑性を一段と高めることができるのではないかと考えた。また、これら固体潤滑剤の添加量が少量であれば、安定性を阻害することもないと思われるので、それらの添加効果を調べた。

【0052】固体潤滑剤としては、金属石鹸（ステアリン酸カルシウム等）、無機固体潤滑剤粉末（黒鉛、タルク、雲母等）等が挙げられるが、実験ではステアリン酸カルシウム、黒鉛及び雲母を選択し、それらを0.5～7重量%添加したときの液の安定性及び潤滑性能を調べた。

【0053】結果は表14に示す通りであり、1重量%以上での添加で潤滑性は明らかに向上することが分かる。但し、固体潤滑剤を5重量%を超えて配合すると、沈殿を生じたり安定性に問題が生じてくる。従って、固体潤滑剤を併用するときの好ましい添加量は、前記水溶液100重量%に対して1～5重量%の範囲が好ましい。尚固体潤滑剤は夫々単独で添加してもよく、或は2種以上を複合添加してもかまわない。

【0054】

【表14】

無機塩の種類		L					L					L				
無機塩の添加量 (%)		15					15					15				
ラウリン酸K添加量 (%)		6					6					6				
固体潤滑剤	ステアリン酸Ca	0.5	1	3	5	7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	黒鉛	-	-	-	-	-	0.5	1	3	5	7	-	-	-	-	-
	タルク	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5	1	3	5	7
潤滑試験条件 (引抜き)	III	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	IV	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	V	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0055】一方、前述の潤滑剤が板状材料の深絞り性に対してどの程度の効果があるかを確認するため、SU

S304の円板材を円筒絞り加工し、フランジ部の拘束であるしわ押さえ力に対する成形性を調べた。尚、比較

剤としては、ステンレス鋼板の深絞り実績のある市販 *【0056】
油（日本工作油社製のプレス油「G-755B」）を用 【表15】
いた。結果を表15、16に示す。 *

無機塩Uとラウリン酸Kの配合量による絞り性能

無機塩	ラウリン酸K (%)	しわ押さえ (kg)						
		1000	1500	2000	2500	3000	3500	4000
U (5%)	0.5	○	○	○	○	○	×	×
	1.0	○	○	○	○	○	○	×
	1.5	○	○	○	○	○	○	×
	2.0	○	○	○	○	○	×	×
	2.5	○	○	○	○	○	×	×
U (10%)	0.5	○	○	○	○	○	○	×
	1.0	○	○	○	○	○	○	○
	1.5	○	○	○	○	○	○	○
	2.0	○	○	○	○	○	○	○
	2.5	○	○	○	○	○	○	×
U (20%)	0.5	○	○	○	○	○	○	×
	1.0	○	○	○	○	○	○	×
	1.5	○	○	○	○	○	○	○
	2.0	○	○	○	○	○	○	○
	2.5	○	○	○	○	○	○	○
U (30%)	0.5	○	○	○	○	○	○	○
	1.0	○	○	○	○	○	○	○
	1.5	○	○	○	○	○	○	○
	2.0	○	○	○	○	○	○	○
	2.5	○	○	○	○	○	○	○
市販プレス油		○	○	×	×	-	-	-
備考 1) 円筒深絞り条件 ポンチ径: 40φ 肩 4.5R ダイス径: 42.58 φ 肩 9.1R 供試材: SUS 304 0.8t 85φ しわ押さえ: 可変 絞り比: 2.125 2) 絞り成功...○印、破断...×印 3) 市販プレス油は日本工作油製G-755Bプレス油を使用した (40℃ 560cSt 塩素系極厚添加剤配合)。 4) 供試潤滑の供給方法: プランクに塗布後 100℃×5分乾燥								

【0057】

※30※【表16】

各無機塩10重量%-ラウリン酸K4重量%による絞り性能

無機塩	しわ押さえ (kg)				
	2000	2500	3000	3500	4000
A	○	○	○	○	-
B	○	○	○	○	×
E	○	○	○	○	×
F	○	○	○	○	×
K	○	○	○	○	○
L	○	○	○	○	○
M	○	○	○	○	○
S	○	○	○	○	×
T	○	○	○	○	×
V	○	○	○	○	×

【0058】表15は、無機塩Uとラウリン酸カリウムの各配合量を変えた実験例、表16は各無機塩10重量%に夫々ラウリン酸カリウム4重量%を配合したものの絞り性を調べた結果を示したものであり、いずれも市販

プレス油よりも良好であった。これらの結果から、絞りにおいても前述の引抜き評価で得られた適正成分範囲で目的を満足できることが分かった。尚、潤滑剤濃度が高くなる程絞り性は向上する傾向がみられるが、無機塩濃

度が20重量%を超えると潤滑カスが多く発生するので、作業上好ましくない。更に温間深絞り加工への適性を調べるため、表17に示す条件で円筒絞り試験を行なったところ、同表に示す如く市販油より優位であることを確認した。

【0059】

【表17】

温間絞り試験

試験条件	供試材料 : SUS 304 1.0t		
	ブランク径 : 120~150φ		
	ポンチ径 : 60φ		
	絞り比 : 2.0及び2.5		
試験条件	しわ押さえ : 3000kg		
	絞り速度 : 0.2m/min		
	温間条件 : ポンチ側冷却 0℃		
	ダイス側加熱 100℃		
試験条件	潤滑剤 : 無機塩U 10重量%		
	ラウリン酸カリ 4重量%		
	(本発明品)		
	比較として市販G-755Bを用いた。		
試験結果	絞り比	2.0	2.5
	潤滑剤		
	本発明品	○	○
	G-755B	○	×

*【0060】最後に前記11~16に示した各配合組成の供試潤滑剤を用いて引抜き及び絞りを行った供試材料について、50℃に加温した温水に浸漬して脱脂を行なったところいずれも1分で完全に脱脂(除去)することができた。

【0061】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、特定の無機塩と脂肪酸アルカリ金属塩を含む水溶液、若しくはこれらに固体潤滑剤粉末を分散させた本発明の潤滑剤は下記の様な効果を発揮する。

【0062】(1) 高い潤滑性を有する。

(2) 液の安定性が良い。

(3) 火災の危険が無い。

(4) 加工後の除去が極めて容易である。

【図面の簡単な説明】

【図1】潤滑性能試験に用いた方法を示す断面説明図である。

【符号の説明】

1 ステンレス製短管

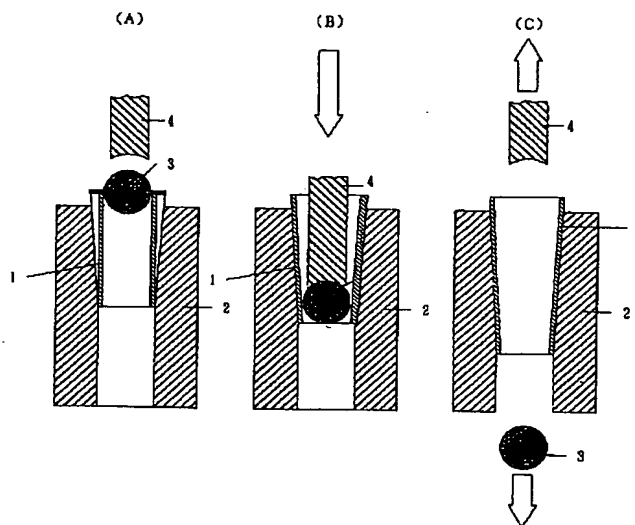
20 2 ダイス

3 鋼球

4 ラム

*30

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 129:56)				
C 1 0 N 10:02				
10:06				
30:06				
40:24				
70:00				
(72)発明者 松代 幸三			(72)発明者 田中 徹	
山口県下関市長府港町13番1号 株式会社			山口県下関市長府港町13番1号 株式会社	
神戸製鋼所長府北工場内			神戸製鋼所長府北工場内	
(72)発明者 手島 修			(72)発明者 木村 茂樹	
山口県下関市長府港町13番1号 株式会社			東京都港区芝5丁目29番14号 日本工作油	
神戸製鋼所長府北工場内			株式会社内	